

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Off nl gungsschrift  
⑩ DE 196 30 844 A 1

⑳ Aktenzeichen: 196 30 844.5  
㉑ Anmeldetag: 31. 7. 96  
㉒ Offenlegungstag: 5. 2. 98

⑤1 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**C 07 D 229/00**  
C 08 G 18/79  
C 08 G 18/80  
C 09 D 175/04  
C 09 D 5/46  
C 09 D 5/03  
C 09 D 5/28  
// C 08 G 18/62, 18/42

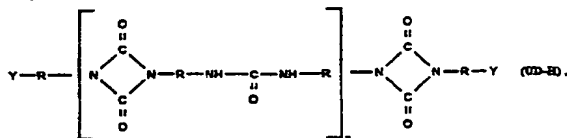
DE 196 30 844 A 1

㉑1 Anmelder:  
Hüls AG, 45772 Marl, DE

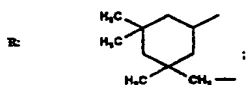
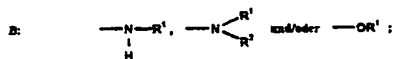
㉑2 Erfinder:  
Gras, Rainer, Dr., 44879 Bochum, DE; Wolf, Elmar,  
Dr., 45661 Recklinghausen, DE

⑤4 Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie deren Verwendung

⑤7 Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione folgender Zusammensetzung:



wobei



n: 1-15 ;

R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup>: linearer und/oder verzweigter Alkyl- und/oder Cycloalkylrest bedeuten. Gegebenenfalls können noch bis zu maximal 1 Mol freies IPDI-Uretdion enthalten sein.

DE 196 30 844 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 12. 97 702 066/169

9/28

## Beschreibung

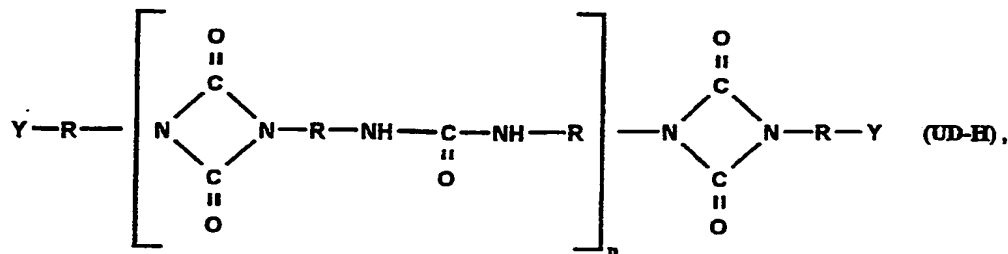
Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind harnstoffgruppenhaltig Isophorondiisocyanat-Uretdione mit freien, partiell oder ganz blockierten Isocyanatgruppen, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie die Verwendung in Polyurethan-Pulverlacken mit matter Oberfläche.

Seit geraumer Zeit gibt es ein zunehmendes Interesse an Pulverlacken, die eine matte Oberfläche ergeben. Die Ursache dafür ist überwiegend praktischer Art. Glänzende Flächen erfordern ein weitaus höheres Maß an Reinigung als matte Flächen. Darüber hinaus kann es aus sicherheitstechnischen Gründen wünschenswert sein, stark reflektierende Flächen zu vermeiden.

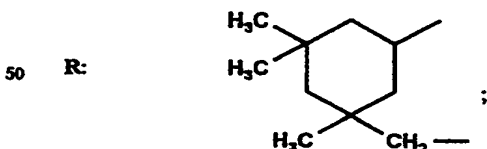
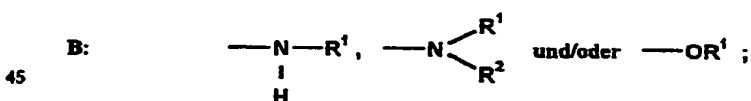
Das einfachste Prinzip, eine matte Oberfläche zu erhalten, besteht darin, dem Pulverlack je nach Ausmaß des gewünschten Matteeffektes kleinere oder größere Mengen Füllstoffe, wie z. B. Kreide, feinverteiltes SiO<sub>2</sub> oder Bariumsulfat, beizumischen. Diese Zusätze bewirken jedoch eine Verschlechterung der lacktechnischen Filmeigenschaften, wie Haftung, Flexibilität, Schlagfestigkeit und Chemikalienbeständigkeit. Die Zugabe von Stoffen, die mit dem Lack unverträglich sind, wie z. B. Wachse oder Cellulosederivate, bewirkt zwar ebenfalls eine Mattierung, aber geringfügige Änderungen während des Extrudierens führen zu Schwankungen im Oberflächenglanz. Die Reproduzierbarkeit des Matteeffektes ist nicht gewährleistet.

Überraschenderweise konnten PUR-Pulverlacke mit mattem Aussehen gefunden werden, die nicht mit den aufgeführten Nachteilen behaftet sind, wenn als Härterkomponente harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione eingesetzt werden.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione folgender Zusammensetzung:



wobei



55

n: 1—15;

R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup>: linearer und/oder verzweigter Alkyl- und/oder Cycloalkylrest

bedeuten. Gegebenenfalls können noch bis zu maximal 1 Mol freies IPDI-Uretdion enthalten sein.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen zeichnen sich durch einen Gehalt an freien NCO-Gruppen von 0,1—12%, vorzugsweise 1—6%, einen Gesamt-NCO-Gehalt (freie und latente NCO-Gruppen) von 30—19%, vorzugsweise 19—25%, einen Uretdiongruppengehalt von 1,5—2,5 mmol/g, vorzugsweise 2,1—2,4 mmol/g, einen Gehalt von (irreversibel) blockierten NCO-Gruppen von 0,1—1,5 mmol/g aus. Ihr Schmelzbereich variiert in einem Bereich von 80—230°C, vorzugsweise 150—200°C. Sie eignen sich in hervorragender Weise zur Herstellung von PUR-Pulverbeschichtungen.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen entsprechend der folgenden Reaktionsgleichung:

Tabelle 1: Erfindungsgemäße Verbindungen

Beispiel-Nr.	Zusammensetzung [mol]			chem. und phys. Kenndaten		
	IPDI-Uretdion	Wasser	$C_4H_9-OH/HN-(C_4H_9)_2$	$NCO_{\text{frei}}$ [%]	$NCO_{\text{gesamt}}$ [%]	Schmelzbereich [°C]
A 1	2	0,8		11,7	29,7	86 - 95
A 2	2	1,0		7,3	23,9	126 - 128
A 3	2	1,2		5,9	23,1	148 - 150
A 4	2	1,25		5,2	22,1	160 - 171
A 5	2	1,5		4,5	21,6	187 - 199
A 6	2	1,65		2,5	19,1	191 - 204
A 7	2	1,75		1,7	16,6	197 - 211
A 8	2	1,25	2	0,3	19,8	143 - 149
A 9	2	1,5	1,8	0,1	19,6	201 - 215

## B) Polyolkomponente

## Allgemeine Herstellungsvorschrift

5 Die Ausgangskomponenten — Terephthalsäure (TS), Dimethylterephthalat (DMT), Hexandi 1-1.6 (HD), Neopentylglykol (NPG), 1,4-Dimethylcyclohexan (DMC) und Trimethylolpropan (TMP) — werden in einen Reaktor gegeben und mit Hilfe eines Ölbad es erwärmt. Nachdem die Stoffe zum größten Teil aufgeschmolzen sind, werden bei einer Temperatur von 160°C 0,5 Gew.-% Di-n-butylzinnoxid als Katalysator zugesetzt. Die erste Methanolabspaltung tritt bei einer Temperatur von ca. 170°C auf. Innerhalb 6 bis 8 Stunden wird die Temperatur auf 220 bis 230°C erhöht und innerhalb weiterer 12 bis 15 Stunden die Reaktion zu Ende geführt. Der Polyester wird auf 200°C abgekühlt und durch Anlegen von Vakuum (1,33 mbar) innerhalb 30 bis 45 Minuten weitgehend von flüchtigen Anteilen befreit. Während der gesamten Reaktionszeit wird das Sumpfprodukt gerührt und ein schwacher N<sub>2</sub>-Strom durch das Reaktionsgemisch geleitet.

10  
15 Tabelle 2 gibt Polyesterzusammensetzungen und Polyester des Marktes mit den entsprechenden physikalischen und chemischen Kenndaten wieder.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 2: Polyester

Bei- spiel	Ausgangskomponenten						Chemische und physikalische Kenndaten				
	TS	DMT	HD	NPG	DMC	TMP	OH-Zahl	Säurezahl	Smp.	DTA	Viskosität bei 160 °C
	[mol]	[mol]	[mol]	[mol]	[mol]	[mol]	[mg KOH/g]	[mg KOH/g]	[°C]	[°C]	[mPa·s]
1	10	10	6,25	10,5	2	2,9	55 - 60	3 - 4	ca. 75	ca. 50	≈ 25 000
2	CRYLCOAT® 280 UCB/Belgien						≈ 50	< 10	100 ± 8	55 ± 8	-
3	URALAC P 2504 DSM/Niederlande						36 - 41	4 - 6	85 - 100	> 50	≈ 30 000
4	ALFTALAT AN 739 Hoechst/Italien						55 - 60	2 - 4	82 - 90	> 50	24 - 29 000

# DE 196 30 844 A1

## C Polyurethan-Pulverlacke

### Allgemeine Herstellungsvorschrift

- 5 Die zerkleinerten Produkte — uretdiongruppenhaltige Polyisocyanate (Vernetzer), Polyester, Verlaufsmittel-, ggf. Katalysator-Masterbatch — werden ggf. mit dem Weißpigment in einem Kollergang innig vermischt und anschließend im Extruder bis maximal 130° C homogenisiert. Nach dem Erkalten wird das Extrudat gebrochen und mit einer Stiftmühle auf eine Korngröße < 100 µm gemahlen. Das so hergestellte Pulver wird mit einer elektrostatischen Pulverspritze bei 60 KV auf entfettete, ggf. vorbehandelte Eisenbleche appliziert und in  
10 einem Umlufttrockenschrank bei Temperaturen zwischen 180 und 200° C eingebrannt.

### Verlaufsmittel-Masterbatch

- 15 Es werden 10 Gew.-% des Verlaufsmittels — ein handelsübliches Copolymer von Butylacrylat und 2-Ethylhexylacrylat — in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

### Katalysator-Masterbatch

- 20 Es werden 5 Gew.-% des Katalysators — DBTL — in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

Die Abkürzungen in den folgenden Tabellen bedeuten:

- SD = Schichtdicke in µm  
25 ET = Tiefung nach Erichsen in mm (DIN 53 156)  
GS = Gitterschnittprüfung (DIN 53 151)  
GG 60° < = Messung des Glanzes nach Gardner (ASTM — D 5233)  
Imp. rev. = Impact reverse in g · m

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 3: Pigmentierte Pulverlacke

Beispiel C Rezeptur	1 <sup>a)</sup>	2 <sup>a)</sup>	3 <sup>a)</sup>	4 <sup>a)</sup>	5 <sup>a)</sup>	6 <sup>a)</sup>	7 <sup>a)</sup>	8 <sup>a)</sup>	9 <sup>a)</sup>	10 <sup>a)</sup>	11 <sup>a)</sup>	12 <sup>b)</sup>
Vernetzer gem. A	16,0	16,0	14,2	14,7	15,8	15,8	17,1	14,2	12,2	12,2	17,5	17,5
Tabelle 1 Beispiel	(2)	(2)	(2)	(3)	(3)	(3)	(4)	(4)	(4)	(4)	(5)	(5)
Polyester gem. B 1	84,0	84,0	-	-	-	-	82,9	85,8	-	-	82,5	82,5
Polyester gem. B 2	-	-	85,8	85,3	-	-	-	-	-	-	-	-
Polyester gem. B 3	-	-	-	-	-	-	-	-	87,8	87,8	-	-
Polyester gem. B 4	-	-	-	-	84,2	84,2	-	-	-	-	-	-
Bemerkungen	Alle Formulierungen enthalten je 0,5 Gew.-% ACRONAL 4F und Benzoin, 0,15 Gew.-% DBTL sowie a) 40 oder b) 35 oder c) 30 Gew.-% TiO <sub>2</sub> (Weißpigment); das OH/NCO-Verhältnis beträgt 1:1 oder o) 1:0,8											
Lackdaten												
SD	63-71	57-68	70-95	70-85	61-70	67-90	70-85	69-91	65-77	59-71	63-71	75-90
GG 60 ° >	11/12	17/19	13	17	21	24/25	9/10	13/15	13/15	21/23	9-10	11
GS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ET	7,8/8,4	8,5/9,1	9,1/9,3	8,8/9,0	7,9/8,1	8,3/8,9	4,9/5,7	5,1/6,2	6,8/7,5	7,9/8,4	4,7/5,5	7,3/7,7
Imp. rev.	460,8	576	576	806,4	345,6	576	115,2	230,4	230,4	230,4	230,4	460,8
Bemerkungen	Härtungsbedingungen: 200 °C/10 - 20', 180 °C/20' - 30'											

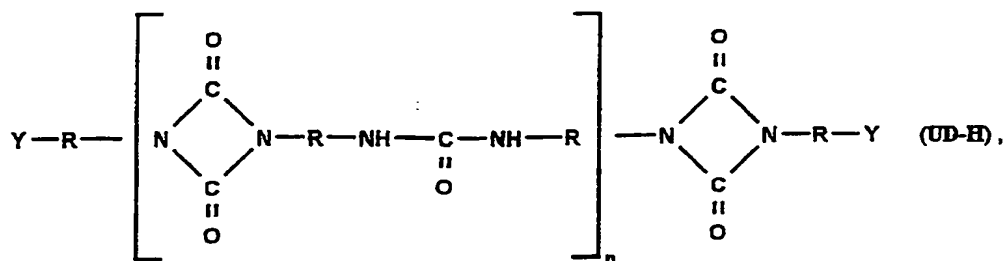


Tabelle 3 Fortsetzung: Pigmentierte Pulverlacke

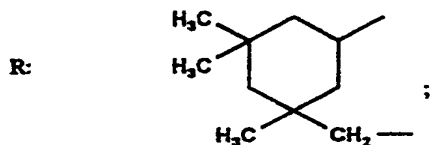
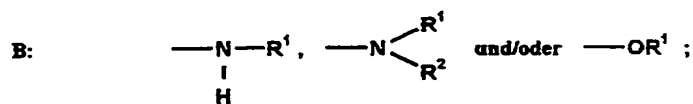
Rezeptur	13 <sup>a)</sup>	14 <sup>b)</sup>	15 <sup>ab)</sup>	16 <sup>a)</sup>	17 <sup>a)</sup>	18 <sup>a)</sup>	19 <sup>a)</sup>	20 <sup>ac)</sup>	21 <sup>a)</sup>	22 <sup>b)</sup>	23 <sup>a)</sup>	24 <sup>a)</sup>
Vernetzer gem. A	15,5	15,5	12,8	12,4	12,4	16,7	16,7	13,9	19,3	17,2	21,1	16,8
Tabelle 1 Beispiel	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(5)	(6)	(6)	(7)	(8)
Polyester gem. B 1	-	-	-	-	-	-	-	-	80,7	-	-	-
Polyester gem. B 2	84,5	84,5	87,2	-	-	-	-	-	-	82,8	78,9	83,2
Polyester gem. B 3	-	-	-	87,6	87,6	-	-	-	-	-	-	-
Polyester gem. B 4	-	-	-	-	-	83,3	83,3	86,1	-	-	-	-
Bemerkungen	Alle Formulierungen enthalten je 0,5 Gew.-% ACRONAL 4F und Benzoin, 0,15 Gew.-% DBTL sowie a) 40 oder b) 35 oder c) 30 Gew.-% TiO <sub>2</sub> (Weißpigment); das OH/NCO-Verhältnis beträgt 1:1 oder o) 1:0,8											
Lackdaten												
SD	60-70	63-75	67-80	57-71	62-70	60-70	55-67	72-87	65-75	70-80	67-85	71-92
GG 60 °Z	15	15/18	17/20	35/38	37/41	10/14	7/10	12/14	8/10	8/10	51/54	34/37
GS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ET	4,9/5,7	9,2/9,4	9,5/9,7	4,1/4,9	5,7/6,4	4,3/5,7	5,8/6,4	5,7/6,8	4,5/5,1	4,5/5,1	6,5/7,2	5,2/5,7
Imp. rev.	115,2	460,8	576	115,2	230,4	230,4	230,4	345,6	115,2	115,2	230,4	115,2
Bemerkungen	Härtungsbedingungen: 200 °C/10 - 20', 180 °C/20' - 30'											

## Patentansprüche

1. Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione folgender Zusammensetzung:



wobei



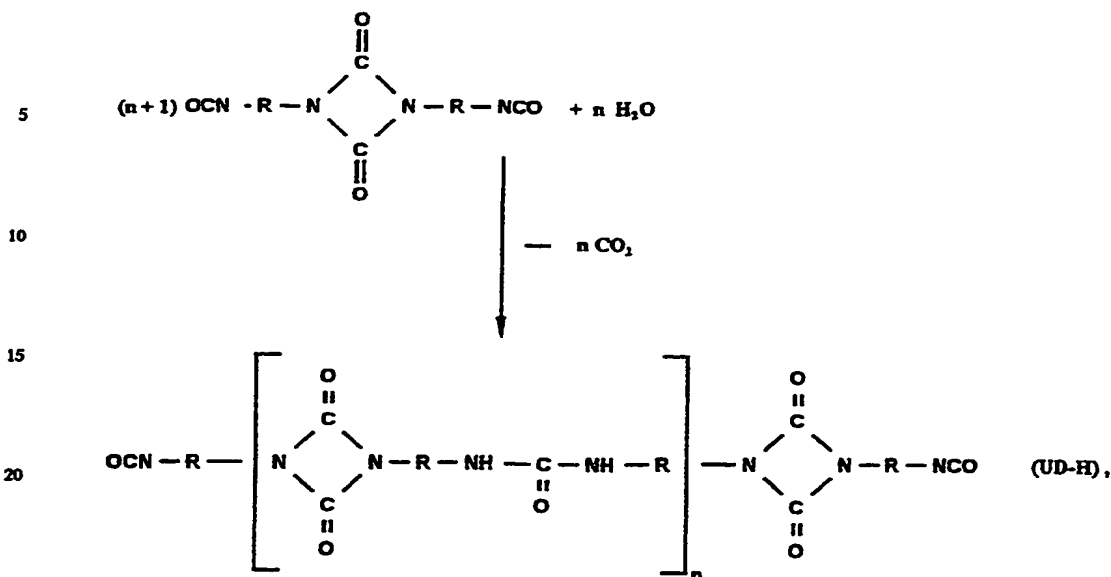
n: 1—15;

R<sup>1</sup> und R<sup>2</sup>: linearer und/oder verzweigter Alkyl- und/oder Cycloalkylrest bedeuten.

2. Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione, dadurch gekennzeichnet, daß sie noch bis zu einem Mol freies IPDI-Urettdion enthalten.

3. Harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Uretdione, dadurch gekennzeichnet, daß B Reste ausgewählt aus der Gruppe Methanol, Ethanol, Butanol, 2-Ethylhexanol, Butylamin, 2-Ethylhexylamin, Dibutylamin, Di-2-ethylhexylamin, Methylcyclohexylamin, bedeutet.

4. Verfahren zur Herstellung von harnstoffgruppenhaltigen Isophorondiisocyanat-Uretdionen gemäß den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß Isophorondiisocyanat-Urettdion in einem inerten Lösemitel, bevorzugt Aceton, mit Wasser bevorzugt in Gegenwart von 0,01—0,1% Dibutylzinndilaurat umgesetzt wird.



wobei die freien NCO-Gruppen des UD-H anschließend gegebenenfalls ganz oder partiell mit dem Blockierungsmittel B-H umgesetzt werden können.

5. Verwendung von harnstoffgruppenhaltigen Isophorondiisocyanat-Urettdionen gemäß den Ansprüchen 1 bis 3 in Kombination mit hydroxylgruppenhaltigen Polymeren zur Herstellung von abspaltfreien matten PUR-Pulverbeschichtungen.

6. Abspaltfreie matte PUR-Pulverlacke, dadurch gekennzeichnet, daß harnstoffgruppenhaltige Isophorondiisocyanat-Urettdione gemäß Anspruch 1 in Kombination mit hydroxylgruppenhaltigen Polymeren weitere Zuschlags- und Hilfsstoffe enthalten.

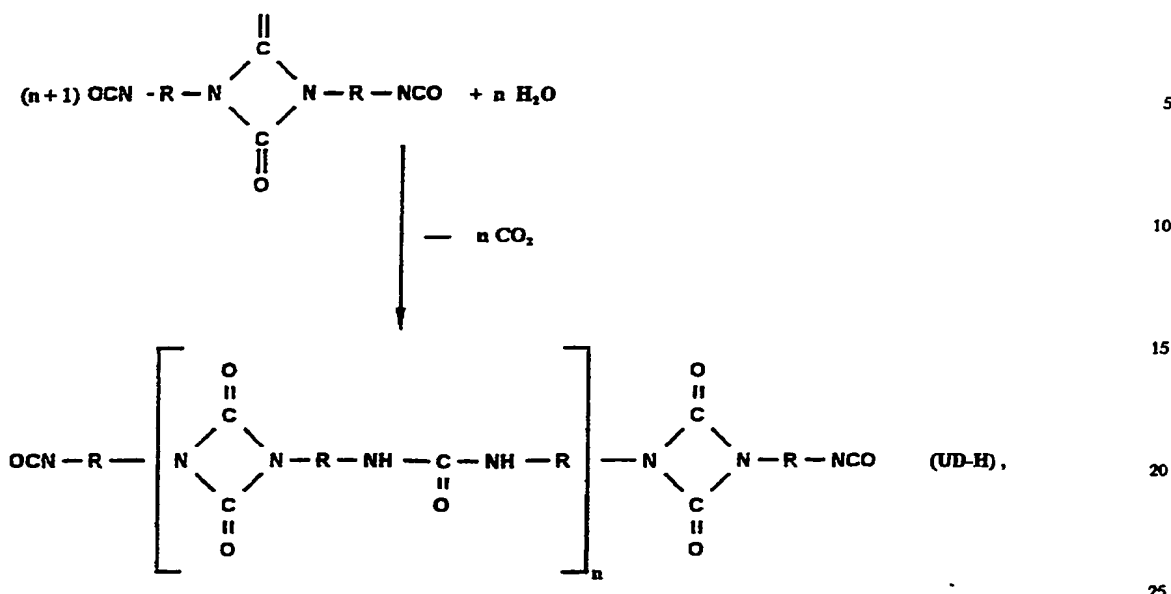
7. PUR-Pulverlacke gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß ein OH/NCO-Verhältnis von 1 : 0,6 bis 1 : 1,2, vorzugsweise 1 : 0,8 bis 1 : 1,1 zugrunde liegt.

8. PUR-Pulverlacke nach den Ansprüchen 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß den PUR-Pulverlacken Katalysatoren zugesetzt werden in einer Konzentration von 0,03 bis 0,5% unter Einbeziehung der bereits enthaltenen Katalysatormenge aus den erfindungsgemäßen Polyisocyanaten.

9. PUR-Pulverlacke nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß den PUR-Pulverlacken organische Zinnverbindungen als Katalysatoren zugesetzt werden.

10. PUR-Pulverlacke nach den Ansprüchen 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß als hydroxylgruppenhaltige Polymere Polyester mit einer Funktionalität  $> 2$ , einer OH-Zahl von 20 bis 140 mg KOH/g und einem Schmelzpunkt  $\geq 70$  bis  $\leq 130^\circ\text{C}$  eingesetzt werden.

11. PUR-Pulverlacke nach den Ansprüchen 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß als hydroxylgruppenhaltige Polymere Polyester mit einer Funktionalität  $> 2$ , einer OH-Zahl von 30 bis 90 mg KOH/g sowie einem Schmelzpunkt von  $\geq 75$  und  $\leq 110^\circ\text{C}$  eingesetzt werden.



wobei die freien NCO-Gruppen des UD-H anschließend gegebenenfalls ganz oder partiell mit dem Blockierungsmittel B-H umgesetzt werden können.

Bei dem erfindungsgemäß einzusetzenden Urettdion handelt es sich um das IPDI-Urettdion, wie es in den DE-OS 30 30 513 und 37 39 549 beschrieben wird, mit einem freien NCO-Gehalt von 16,8—18,5%. Der Monomergehalt liegt bei  $\leq 1\%$ . Der Gesamt-NCO-Gehalt des IPDI-Urettdions nach dem Erhitzen auf 180—200°C (0,5—1 h) beträgt 37,4—37,8%.

Im erfindungsgemäßen Verfahren kann durch die Wahl des Molverhältnisses von IPDI-Urettdion und Wasser jedes beliebige Molgewicht der erfindungsgemäßen Verbindungen erhalten werden. Manchmal hat es sich als zweckmäßig erwiesen, die freien NCO-Gruppen der UD-H so zu blockieren, daß sie beim Einbrennvorgang nicht mehr freigesetzt werden. Bei den Blockierungsmitteln handelt es sich um Monoalkohole, wie z. B. Methanol, Ethanol, Butanol, 2-Ethylhexanol, oder primäre wie sekundäre Monoamine, wie z. B. Butylamin, 2-Ethylhexylamin, Dibutylamin, Di-2-ethylhexylamin und Methylcyclohexylamin.

Die erfindungsgemäßen harnstoffgruppenhaltigen Isophorondiisocyanat-Urettdione werden nach dem nunmehr erläuterten Verfahren hergestellt. Die Herstellung erfolgt in zwei aufeinander folgenden Stufen, wobei

1. in der 1. Stufe IPDI-Urettdion mit Wasser umgesetzt wird und
2. in der 2. Stufe dann gegebenenfalls die Umsetzung der noch freien NCO-Gruppen mit dem Blockierungsmittel B-H erfolgt.

Die Umsetzung der 1. und 2. Stufe erfolgt in Lösung, wobei das Lösemittel aus der Gruppe Ester, wie z. B. Methyl-, Ethyl-, Butylacetat, oder Ketone, wie z. B. Aceton, Methylisobutylketon, sowie beliebige Gemische dieser Lösemittel ausgewählt werden. Bevorzugtes Lösemittel ist Aceton. Die Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen erfolgt so, daß zu der acetonischen Lösung des IPDI-Urettdions in Gegenwart von 0,01 bis 1%, vorzugsweise 0,01 bis 0,15% Dibutylzinn-dilaurat (DBTL) das Wasser portionsweise bei 60°C zudosiert wird, und nach beendeter Wasserzugabe die Reaktionsmischung so lange weitererhitzt wird, bis pro Mol eingesetztes Wasser 2 NCO-Äquivalente umgesetzt sind. Danach wird entweder das Aceton vom Reaktionsprodukt abdestilliert, wenn das Reaktionsprodukt noch freie NCO-Gruppen enthalten soll oder soll jedoch das Reaktionsprodukt keine freien NCO-Gruppen mehr enthalten, schließt sich die Umsetzung mit dem Blockierungsmittel B-H an. Für den Fall der Monoamine ist dies bei Raumtemperatur möglich, wobei nach der portionsweisen Zugabe des Monoamins die Reaktion beendet ist.

Für den Fall, daß es sich bei den Blockierungsmitteln um Monoalkohole handelt, wird die Blockierung bei 60°C durchgeführt, wobei nach Zugabe des Blockierungsmittels so lange weitererhitzt wird (ca. 3 h), bis pro Mol Blockierungsmittel 1 NCO-Äquivalent umgesetzt ist.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Verbindungen zur Herstellung von PUR-Pulverlacken mit mattem Aussehen. Die erfindungsgemäßen PUR-Pulverlacksysteme bestehen aus den erfindungsgemäßen harnstoffgruppenhaltigen IPDI-Urettdionen in Kombination mit hydroxylgruppenhaltigen Polymeren.

Als Polyolkomponente zur Herstellung der erfindungsgemäßen matten PUR-Pulverlacke kommen grundsätzlich alle OH-Gruppen enthaltenden Polymere in Frage, wie z. B. Epoxidharze, Hydroxyacrylate; bevorzugt werden jedoch hydroxylgruppenhaltige Polyester mit einer OH-Funktionalität von 3—6, ein mittleres Molgewicht von 1800—5000, bevorzugt 2300—4500, einer OH-Zahl von 20—140 mg KOH/g, bevorzugt 30—90 mg KOH/g, und einem Schmelzpunkt von  $\geq 70$  bis  $\leq 130^\circ\text{C}$ , bevorzugt  $\geq 75$  bis  $\leq 110^\circ\text{C}$ , eingesetzt. Derartige

OH-haltige Polyester, wie sie in bekannter Weise durch Kondensation von Polyolen und Polycarbonsäuren hergestellt werden, sind z. B. in DE-OS 24 55 497 und 30 03 900 beschrieben. Zur Herstellung der gebrauchsfertigen Pulverlacke werden das OH-haltige Harz und die erfindungsgemäßen harnstoffgruppenhaltigen IPDI-Uretdione, gegebenenfalls mit Pigmenten, wie z. B.  $\text{TiO}_2$ , Verlaufsmitteln, wie z. B. Polybutylacrylat, auf Extrudern oder Knetern bei Temperaturen zwischen 90–120°C s gemischt, daß auf eine OH-Gruppe des hydroxylgruppenhaltigen Harzes 0,6–1,2, vorzugsweise 0,8–1,1, blockierte NCO-Gruppen zu stehen kommen. Die so hergestellten Pulverlacke können nach den üblichen Pulverauftragsverfahren, wie z. B. elektrostatisches Pulversprühen oder Wirbelsintern, auf die zu überziehenden Formteile aufgebracht werden. Die Härtung der Überzüge erfolgt durch Erhitzen auf Temperaturen von 180–200°C (30–10 min). Man erhält flexible Überzüge mit hervorragenden Korrosionsschutzeigenschaften und einer ausgezeichneten Thermostabilität. Im Vergleich zu den bis jetzt bekannten PUR-Pulvern auf Basis blockierter Polyisocyanate zeichnen sich die erfindungsgemäßen PUR-Pulver durch ein mattes Aussehen aus, wobei der Mattglanz in einem weiten Bereich variiert. Nachfolgend wird der Gegenstand der Erfindung anhand von Beispielen erläutert.

#### Experimenteller Teil

#### A) Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen

##### Allgemeine Herstellungsvorschrift

Zu der acetonischen Lösung des IPDI-Uretdions wurde in Gegenwart von 0,01% DBTL das Wasser bei 60°C portionsweise zudosiert. Nach beendeter  $\text{H}_2\text{O}$ -Zugabe wurde noch so lange weitererhitzt, bis pro Mol eingesetztes Wasser 2 NCO-Äquivalente umgesetzt waren. Danach wurde das Aceton abdestilliert. Für den Fall, daß das Reaktionsprodukt keine freien NCO-Gruppen enthalten soll, wird vor der Acetonentfernung die Blockierung durchgeführt. Für den Fall der Monoamine ist dies bei Raumtemperatur möglich, wobei nach der portionsweisen Zugabe des Monoamins die Reaktion beendet ist. Für den Fall, daß es sich bei den Blockierungsmitteln um Monoalkohole handelt, wird die Blockierung bei 60°C durchgeführt, wobei nach Zugabe des Monoalkohols so lange weitererhitzt wird (ca. 3 h), bis pro Mol Monoalkohol 1 NCO-Äquivalent umgesetzt ist.